

⑤ P81870\$

Filtering of X-rays

Patent number: DE19536822
Publication date: 1997-04-10
Inventor: ARKADIEV VLADIMIR DR (DE); BJEOUNMIKHOV
ANIOUAR DR (DE); GORNY HANS-EBERHARD (DE);
SCHMALZ JUERGEN (DE)
Applicant: IFG INST FUER GERAETEBAU GMBH (DE)
Classification:
- **International:** G21K1/06; G01N23/20
- **European:** G21K1/06
Application number: DE19951036822 19950920
Priority number(s): DE19951036822 19950920

Abstract of DE19536822

Filtering X-rays comprises passing them axially through a bundle of capillary tubes which are deflected at least once but held so that their centre-lines remain coincident between inlet and outlet. depending on the wavelength and the angle of incidence, the long wavelength components are reflected at the bores of the tubes and emerge at the outlet, whilst the short wave components pass out of the tubes at points of deflection.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Röntgenenergiefilterung und ist anwendbar insbesondere in der Struktur- und Stoffanalytik, beispielsweise in der Diffraktometrie, wo das Problem der Erhöhung der Intensität und der spektralen Reinheit des auf die Probe auftreffenden Strahles in besonderem Maße besteht.

An die Charakteristika von Röntgenenergiefiltern ergeben sich verschiedene wesentliche Anforderungen. Zum einen ist das der Winkel und die räumliche Verteilung des Strahles. Diese Anforderungen werden herkömmlich mit Hilfe von Kollimatoren gelöst, welche aus einem System von Schlitzen oder Blenden bestehen. Eine weitere Anforderung ist die Spektralzusammensetzung, welche beeinflusst wird durch Filterung mittels selektiver Absorption in Kantenfiltern, Röntgenspiegeln oder Kristallmonochromatoren. Schließlich ist die Intensität der Röntgenstrahlung von Bedeutung, welche durch Verwendung von leistungsstarken Röntgenquellen, beispielsweise mit einer Drehanode und einem scharfen Brennfleck, beeinflusst werden kann.

Die bekannteste Methode zur Filterung von Röntgenstrahlung ist der Einsatz von Kantenfiltern, bei der die Absorption durch Emission von Photoelektronen und durch Streuung der Röntgenphotonen erfolgt. Wegen der quantenhaften Anregungsbedingungen weist der Massenabsorptionskoeffizient für verschiedene Materialien eine unstetige Abhängigkeit von der Wellenlänge auf, so daß durch Kombination unterschiedlicher Materialien Spektralbereiche selektiv ausgewählt werden können. Die Absorptionskante des einen Filters begrenzt den Wellenlängenbereich nach der kurzwelligen Seite hin und die Absorptionskante des anderen Filters nach der langwelligen Seite. Diese Filterdifferenz-Methode wurde von P. A. Ross (J. Opt. Soc. Am. 16, 433, 1928) und P. Mecke (Z. analyt. Chem. 193, 301, 1963) genauer beschrieben.

Eine zweite Methode besteht in der Ausnutzung der Röntgendiffraktion unter Verwendung von Kristallmonochromatoren. Unter dem sogenannten Bragg-Winkel werden nur ganz bestimmte Wellenlängen verstärkt reflektiert. Allerdings ist die absolute Intensität dieser übertragenen Linien im Vergleich zur Gesamtintensität des angeregten Spektrums gering, da eine Begrenzung sowohl im Winkelbereich als auch spektral erfolgt, so daß leistungsstarke Röntgenröhren eingesetzt werden müssen.

Schließlich ist die Anwendung der Totalreflexion von Röntgenstrahlung bei streifendem Einschluß an glatten Oberflächen zu erwähnen, die seit 1923 durch A. H. Compton (Phil. Mag. 43, 1121, 1923) bekannt ist. Der kritische Einfallswinkel, der indirekt der Röntgenquantenenergie proportional ist, erlaubt im Prinzip eine Selektion nach der Energie (Wellenlänge). Ursprünglich wurde dieser Effekt jedoch zur Führung von Röntgenstrahlung in Kapillaren bei nur geringen Verlusten angewendet, so z. B. in WO 89/1281 und EP 0 318 012/A2. Die Anwendung der einseitigen Krümmung von Kapillaren zur Filterung von Röntgenstrahlung wurde relativ allgemein im Patent WO 92/08235 beschrieben, allerdings führt hierbei diese einseitige Krümmung zu einer Verschiebung der Strahlrichtung und ist nur für den Energiebereich um 30 keV genauer ausgeführt.

Nachteilig an all diesen bekannten technischen Lösungen ist, daß sie technisch relativ aufwendig und schwer standardisierbar sind bzw. hohe Intensitätsver-

luste nach sich ziehen.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Röntgenenergiefilterung zu schaffen, durch welche preiswert und mit einfachen Mitteln eine definierte reproduzierbare Filterung der Röntgenstrahlung ermöglicht wird und gleichzeitig eine Strahlkollimierung sowie eine Beeinflussung der Strahlungsintensität realisiert werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch die Merkmale im kennzeichnenden Teil der Ansprüche 1 und 2. Zweckmäßige Ausgestaltungen der Erfindung sind in den Unteransprüchen enthalten.

Ein besonderer Vorteil der Erfindung besteht darin, daß gleichzeitig die Funktionen der Filterung, der Strahlkollimierung und der Erhöhung der Intensität auf der Probe erfüllt werden können, indem die Röntgenenergie am Eingang einer auf ihrer Gesamtlänge mindestens einmal durchgebogenen Mono- oder Polykapillare eingestrahlt wird und in Abhängigkeit der Wellenlänge, des Einstrahlwinkels und der jeweils eingestellten Krümmungen an den Durchbiegungen die langwelligere Röntgenstrahlung an der Innenwandung der Kapillare reflektiert wird und die Kapillare an deren Ausgang verläßt und die kurzwelligere Strahlung im Durchbiegungsbereich aus der Kapillare austritt, wobei der Eingang und der Ausgang der Kapillare auf der gleichen optischen Achse liegen, also Eingangsstrahl und Ausgangsstrahl kollinear sind.

Ein besonders einfacher und wirtschaftlicher Aufbau der Vorrichtung wird dadurch realisiert, daß bei Beibehaltung der optischen Achse zwischen Eingang und Ausgang einer Kapillare diese mindestens eine Durchbiegung mit Krümmungen aufweist, wobei die Durchbiegung unveränderlich fest vorgegeben sein kann oder durch geeignete Mittel einstellbar veränderlich ist.

Die Erfindung soll nachstehend anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert werden. Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Darstellung der Meßanordnung zum Nachweis der Effekte

Fig. 2 Abhängigkeit des Verstärkungskoeffizienten der Intensität der Cu K_{α} -Strahlung am Ausgang der geraden Polykapillaren PK I und PK II von der Länge

Fig. 3 Räumliche Verteilung der Intensität der Cu K_{α} -Strahlung am Ausgang einer geraden Polykapillare PK II einer Länge von 150 mm

Fig. 4 Form der Spektren ohne Polykapillare (I) und mit einer geraden Polykapillare PK I mit einer Länge von 250 mm (2)

Fig. 5 Energieabhängigkeit des Verstärkungskoeffizienten der Intensität der Cu K_{α} -Strahlung am Ausgang einer geraden Polykapillare PK I mit einer Länge von 187 mm

Fig. 6 Energieabhängigkeit des Verstärkungskoeffizienten der Intensität der Cu K_{α} -Strahlung am Ausgang der Polykapillare PK II einer Länge von 120 mm für verschiedene Auslenkungen (siehe Fig. 1)

Fig. 7 Schematische Darstellung des Röntgenenergiefilters und Kollimators mit Kantenfiltereinsatz

Fig. 8 Spektren nach Durchgang durch Röntgenenergiefilter bei verschiedenen Grenzenenergien (Auslenkungen) und unter Einsatz eines Ni-Filters

Der Grundbestandteil der Vorrichtung ist im vorliegenden Ausführungsbeispiel, wie aus Fig. 7 ersichtlich, eine in geeigneter Weise durchgebogene Polykapillare 4, hier ein Bündel von Glaskapillaren, das in eine gemeinsame Hülle eingepaßt ist. Die maximale Krümmung bestimmt die Grenze des Abschneidens der kurzen Wellenlängen, die einen Beitrag zum störenden Un-



⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 195 36 822 A 1**

⑤ Int. Cl.⁸:
G 21 K 1/06
G 01 N 23/20

⑳ Aktenzeichen: 195 36 822.3
㉑ Anmeldetag: 20. 9. 95
㉒ Offenlegungstag: 10. 4. 97

DE 195 36 822 A 1

㉑ Anmelder:
IFG-Institut für Gerätebau GmbH, 12489 Berlin, DE
㉒ Vertreter:
Patentanwälte Gulde Hengelhaupt Ziebig, 10785
Berlin

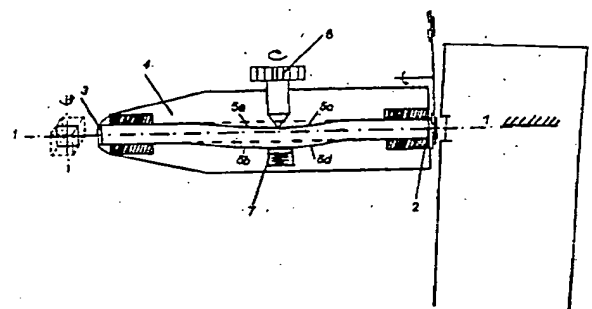
㉓ Erfinder:
Arkadiy, Vladimir, Dr., 12555 Berlin, DE;
Bjeoumikhov, Aniouar, Dr., 12555 Berlin, DE; Gorny,
Hans-Eberhard, 12435 Berlin, DE; Schmalz, Jürgen,
15588 Schöneiche, DE

㉔ Entgegenhaltungen:
EP 03 18 012 A2
WO 92 08 235 A1
WO 8 91 281 A1
J. Opt. Soc. Am. 18, 433, 1928;
Z. analyt. Chem. 193, 301, 1983;
Phil. Mag. 43, 1121, 1923;
Rev. Sci. Instrum. 65, (11), Nov. 1994;

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉕ Verfahren und Vorrichtung zur Röntgenenergiefilterung

㉖ Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Röntgenenergiefilterung und ist anwendbar insbesondere in der Struktur- und Stoffanalytik, beispielsweise in der Diffraktometrie, wo das Problem der Erhöhung der Intensität und der spektralen Reinheit des auf die Probe auftreffenden Strahles in besonderem Maße besteht.
Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß bei Beibehaltung der optischen Achse (1) zwischen Eingang (2) und Ausgang (3) einer Mono- oder Polykapillare (4) die Kapillare (4) mindestens eine Durchbiegung (5) mit Krümmungen (5a), (5b), (5c), (5d) aufweist.



DE 195 36 822 A 1

tergrund auf den Diffraktionsbildern liefern. Eine Vergrößerung der Intensität der Strahlung der verwendeten Wellenlänge (meist Cu K_{α}) erfolgt durch den Transport dieser Strahlung ohne nennenswerte Verluste vom Austrittsfenster der Röntgenröhre zur Probe. Gleichzeitig erfüllt die Polykapillare 4 die Rolle eines Kollimators, da am Ausgang die Strahlungsdivergenz nicht größer als der doppelte kritische Winkel der Totalreflexion ist ($\Theta_c = 3,7$ mrad für Cu K_{α} -Strahlung). Die Strahlmessungen werden durch eine Blende am Eingang 2 in die Polykapillare 4 bestimmt. Das Abschneiden erfolgt mit Hilfe eines Kantenfilters (Ni für Cu K_{β}) in üblicher Weise. Die Effektivität eines solchen Systems wurde in einem Ausführungsbeispiel für eine Polykapillare 4 mit einem Außendurchmesser von 1 mm und mit Kanälen mit einem Innendurchmesser von 30 μ m untersucht.

Fig. 1 zeigt eine Meßanordnung. Der Abstand von Quelle mit einem Brennfleck von 0,1 mm bis zur Polykapillare 4 beträgt 55 mm. Die Länge der Polykapillare 4 konnte unterschiedlich sein. Die Registrierung der Röntgenstrahlung erfolgte mit einem Detektor der Firma RÖNTEC, auf dessen Eintrittsfenster eine Blende von 0,1 mm Durchmesser aufgesetzt war. In der Meßanordnung ist die Auslenkung (Krümmung) der Polykapillare 4 vorgesehen. Dabei ist ein Teil der Polykapillare 4 fest eingespannt und das Ende wird mittels einer Mikrometerschraube 6 ausgelenkt.

Es wurden zwei Polykapillaren 4 PK I und PK II mit den Ausgangslängen 260 mm bzw. 250 mm untersucht. Die Längen wurden dann von Messung zu Messung gekürzt und jeweils die Spektren der durch die Polykapillaren 4 transportierten Röntgenstrahlung und ihre Intensitätsverteilungen aufgenommen.

Fig. 2 zeigt die Abhängigkeit des Verstärkungskoeffizienten für Cu K_{α} -Strahlung bei Durchgang durch eine gerade Polykapillare 4 im Vergleich zur Intensität mit Lochkollimator gleichen Durchmessers ohne Polykapillare 4 von der Länge der Kapillare 4. Im Längenbereich 180–200 mm wird ein Maximum beobachtet. Der Unterschied der Werte für die PK I und die PK II läßt sich durch Qualitätsunterschiede der Kapillaren 4 erklären.

Fig. 3 zeigt die räumliche Verteilung der Cu K_{α} -Strahlung am Ausgang der geraden Polykapillare 4 PK 11 bei einer Länge von 150 mm. Die Größe des Flecks am Ausgang wird durch das Produkt aus dem doppelten kritischen Winkel der Totalreflexion und dem Abstand zwischen der Quelle und dem Eintritt in die Polykapillare 4, d. h. dem Bereich der Röntgenquelle, den die Polykapillare 4 "sieht" bestimmt.

Zur Demonstration der Verstärkung der Cu K_{α} -Strahlung und der Unterdrückung des hochenergetischen Teils des Bremsstrahlungsspektrums sind in Fig. 4 die Spektren ohne Polykapillare und mit der Polykapillare PK I bei einer Länge von 250 mm gezeigt. Die Anodenspannung betrug 26 kV. Die Intensitätsverstärkung der interessierenden Linie beträgt 5,2.

Fig. 5 zeigt die Energieabhängigkeit des Verstärkungskoeffizienten für PK I bei einer Länge von 187 mm. Ab einer Energie von 17,5 keV wird der Verstärkungskoeffizient kleiner als 1.

Die Effektivität des Abschneidens des Bremsstrahlungsanteils am Spektrum kann man durch die Krümmung der Polykapillare 4 erhöhen. Es wurde die Polykapillare PK II mit einer Länge von 120 mm ausgelenkt (siehe Fig. 1). Der gekrümmte Anteil hatte eine Länge von 85 mm, der restliche Teil war gerade fixiert. Fig. 6 zeigt die Energieabhängigkeit des Verstärkungskoeffizienten für verschiedene Auslenkungen des freien En-

des der Polykapillare 4. Durch Vergrößerung der Auslenkung verringert sich der kurzwellige Anteil des Spektrums immer stärker, während sich der Verstärkungskoeffizient für die Cu K_{α} -Strahlung nur geringfügig ändert.

Die Cu K_{β} -Linie sowie der nahe Bereich des Spektrums oberhalb der Cu K_{α} -Linie kann mit Hilfe eines Ni-Filters abgeschnitten werden.

Die oben angeführten Ergebnisse zeigen, daß mit Hilfe einer gekrümmten Polykapillare eine Vorrichtung realisiert wurde, die gleichzeitig die Funktion der Strahlkollimierung, der Filterung und der Erhöhung der Intensität der nützlichen Linie in einem Punkt erfüllt, der sich in einem vorgegebenen Abstand von der Quelle befindet.

Zur Realisierung eines praktisch handhabbaren Röntgenenergiefilters und Kollimators ist dieser so gestaltet, daß die Auslenkung in der Mitte erfolgt, damit die interessierende spektral bereinigte Röntgenstrahlung unmittelbar auf einer geraden Linie von der Quelle die Probe erreicht. Diese Kolinearität von Eingangs- und Ausgangsstrahl zeigt die Anordnung in Fig. 7.

Wie aus der Abbildung ersichtlich, wird zur Verstärkung des Filtereffektes ein zusätzlicher Nickelfilter eingesetzt, was zu einer verstärkten Unterdrückung der Cu K_{β} -Linie führt, ohne daß die Cu K_{α} -Linie wesentlich geschwächt wird. Entsprechende Spektren sind in Fig. 8 dargestellt.

Die Form der Auslenkung wird auch die Schärfe der hochenergetischen Kante bestimmen. Zur Verbesserung der Filtereigenschaften können auch Mehrfachauslenkungen eingesetzt werden (wellenartige Gestaltung der Polykapillare 4), wobei allerdings das optimale Verhältnis zwischen den Filtereigenschaften und der Transporteffektivität für den interessierenden Spektralbereich bestimmt werden muß.

Die Auslenkung eines Teils der Polykapillaren 4 kann mechanisch, elektromechanisch oder piezoelektrisch erfolgen. Sie kann fixiert sein, wobei ein gewünschtes Optimum zwischen Transmission bei gegebener Energie (z. B. Cu K_{α}) und Unterdrückung des hochenergetischen Untergrundes einschließlich der störenden K_{β} -Linie voreingestellt werden kann.

In einer anderen Ausführung kann die Auslenkung variabel sein, um eine Filterbaugruppe für verschiedene Energiebereiche optimal einsetzen zu können, da stärkere Auslenkung die Grenzenergie, die noch ohne wesentliche Verluste übertragen wird, zu niedrigen Energien hin verschiebt (außer Cu K_{α} auch: Fe K_{α} , Cr K_{α} , Ti K_{α} etc.).

Außer einem einfachen Bündel (eine Polykapillare 4) können auch Kombinationen mehrerer Polykapillaren 4, die in gleicher oder unterschiedlicher Weise ausgelenkt werden, verwendet werden.

So ist eine Anordnung mehrerer Polykapillaren 4 nebeneinander zur Übertragung eines Strichfokus geeignet. Zur Erzielung größerer Strahldurchmesser ist eine axialsymmetrische Anordnung in einer oder mehreren Lagen verwendbar. Dabei erhöht sich die Divergenz des Ausgangsstrahls nicht.

In allen o. g. Anordnungen sind nicht nur einfache Auslenkungen, sondern auch mehrfache Auslenkungen in gleicher oder entgegengesetzter Richtung möglich. Jede erneute Auslenkung verschärft die Energiekante, an der "abgeschnitten" wird. Durch Rauigkeiten an den Kapillaroberflächen verringert sich in geringem Umfang jedoch die Gesamttransmission.

Zu einer weiteren Transmissionserhöhung für die in-

teressierende Energie kann eine Gasspülung, z. B. mit Helium, vorgesehen werden. Dadurch verringert sich die Absorption gegenüber einer gleichen Wegstrecke in Luft.

Um das Spülgas nur mit geringer Strömungsgeschwindigkeit (geringer Gasverbrauch) durch den Filter strömen zu lassen, wird sowohl am Eingang als auch am Ausgang ein Kantenfilter gasdicht eingesetzt, wobei die Gesamtdicke beider Filter der optimierten Gesamtkantenfilterdicke entspricht.

Die Erfindung ist nicht auf die hier dargestellten Ausführungsbeispiele beschränkt. Vielmehr ist es möglich, durch Kombination der genannten Mittel und Merkmale weitere Ausführungsvarianten zu realisieren, ohne den Rahmen der Erfindung zu verlassen.

Bezugszeichenliste

- 1 Achse
- 2 Eingang
- 3 Ausgang
- 4 Kapillare
- 5 Durchbiegung
- 5a Krümmung
- 5b Krümmung
- 5c Krümmung
- 5d Krümmung
- 6 Schraube
- 7 Gegenstück

Patentansprüche

1. Verfahren zur Röntgenenergiefilterung, dadurch gekennzeichnet, daß die Röntgenenergie am Eingang einer auf ihrer Gesamtlänge mindestens einmal durchgebogenen Mono- oder Polykapillare eingestrahlt wird und in Abhängigkeit der Wellenlänge, des Einstrahlwinkels und der jeweils eingestellten Krümmungen an den Durchbiegungen die langwelligere Röntgenstrahlung an der Innenwandung der Kapillare reflektiert wird und die Kapillare an deren Ausgang verläßt und die kurzwelligere Strahlung im Durchbiegungsbereich aus der Kapillare austritt, wobei der Eingang und der Ausgang der Kapillare auf der gleichen optischen Achse liegen, also Eingangsstrahl und Ausgangsstrahl kollinear sind.
2. Vorrichtung zur Röntgenenergiefilterung, dadurch gekennzeichnet, daß bei Beibehaltung der optischen Achse (1) zwischen Eingang (2) und Ausgang (3) einer Mono- oder Polykapillare (4) die Kapillare (4) mindestens eine Durchbiegung (5) mit Krümmungen (5a), (5b), (5c), (5d) aufweist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kapillare (4) aus einem Bündel von Glaskapillaren besteht.
4. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchbiegung (5) unveränderlich fest vorgegeben ist.
5. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchbiegung (5) und somit die Krümmungen (5a), (5b), (5c), (5d) einstellbar veränderlich sind.
6. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Einstellung der Durchbiegung (5) mittels einer Schraube (6) erfolgt.
7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß gegenüber der Schraube (6) ein feder-

gelagertes Gegenstück (7) angeordnet ist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß die einstellbare Durchbiegung (5) mit mechanischen und/oder elektromechanischen und/oder piezoelektrischen Mitteln realisiert wird.

9. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kapillaren (4) mit Gas gefüllt sind oder gespült werden.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas Helium ist.

11. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß am Eingang (2) und am Ausgang (3) der Kapillare (4) jeweils ein Kantenfilter gasdicht angeordnet ist.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Gesamtdicke beider Kantenfilter der optimierten Gesamtkantenfilterdicke entspricht.

13. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchbiegungen der Kapillaren (4) nicht an einem sondern an mindestens zwei Punkten mit gleicher Auslenkung erfolgen, so daß sich zwischen den Durchbiegungen gerade Bereiche ergeben.

14. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kapillaren (4) mehrere Durchbiegungen (5) aufweisen und somit wellenartig ausgebildet sind.

15. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kapillaren (4) aus mehreren Bündeln von Glaskapillaren bestehen.

16. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Bündel in einer oder mehreren Lagen coaxial angeordnet sind.

17. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Bündel in einer oder mehreren Lagen parallel neben- und/oder übereinander angeordnet sind.

18. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Strahldurchmesser durch geeignete Blenden am Eingang des Röntgenenergiefilters variiert wird.

Hierzu 8 Seite(n) Zeichnungen

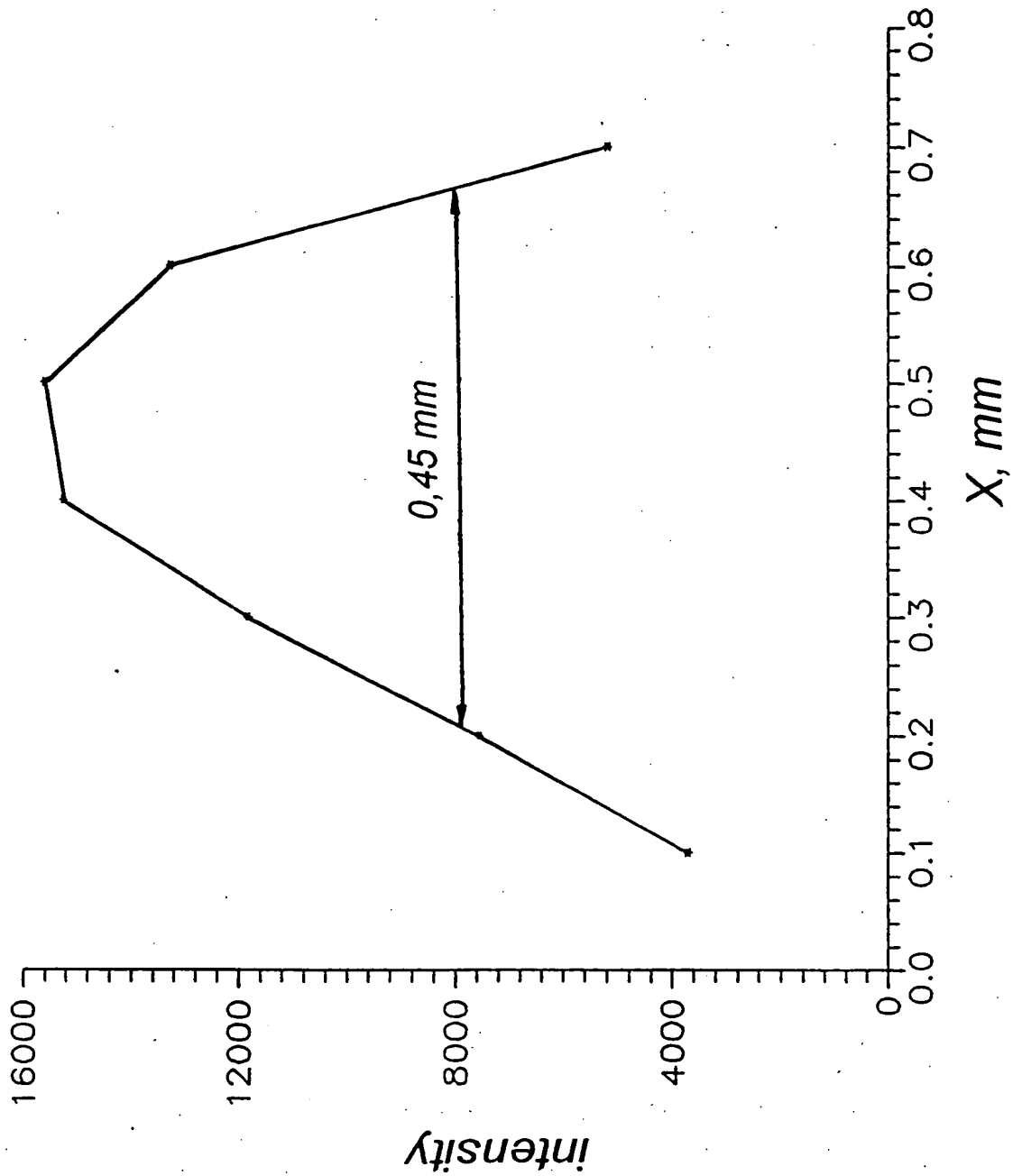


Fig. 3

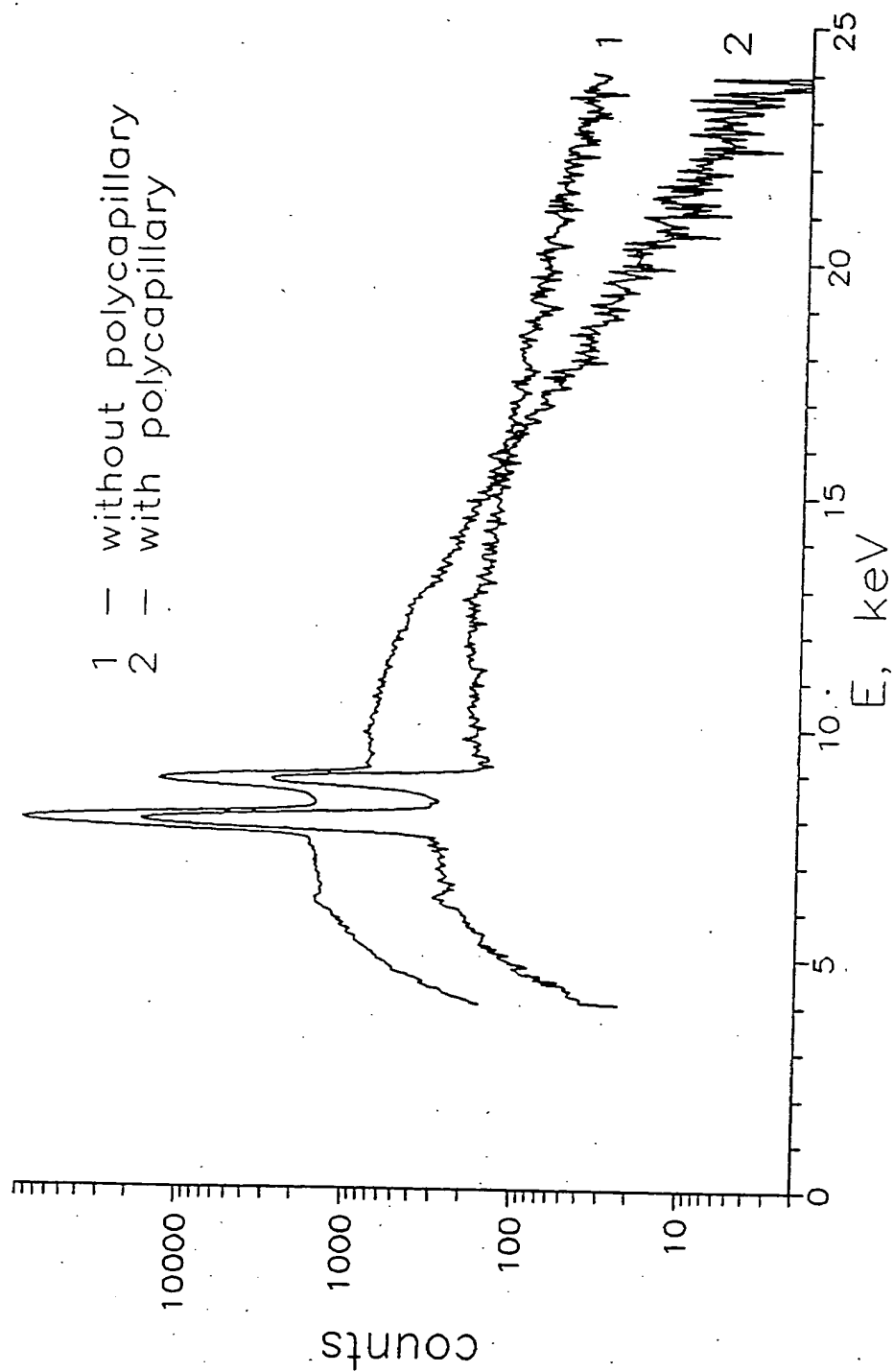


Fig.4.

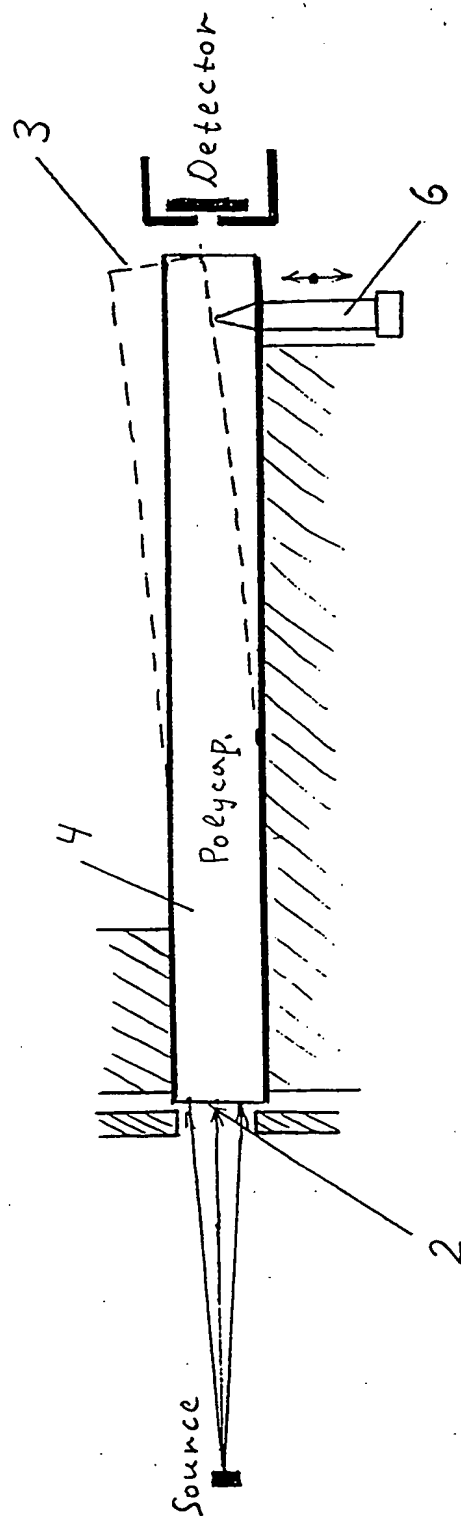


Fig. 1.

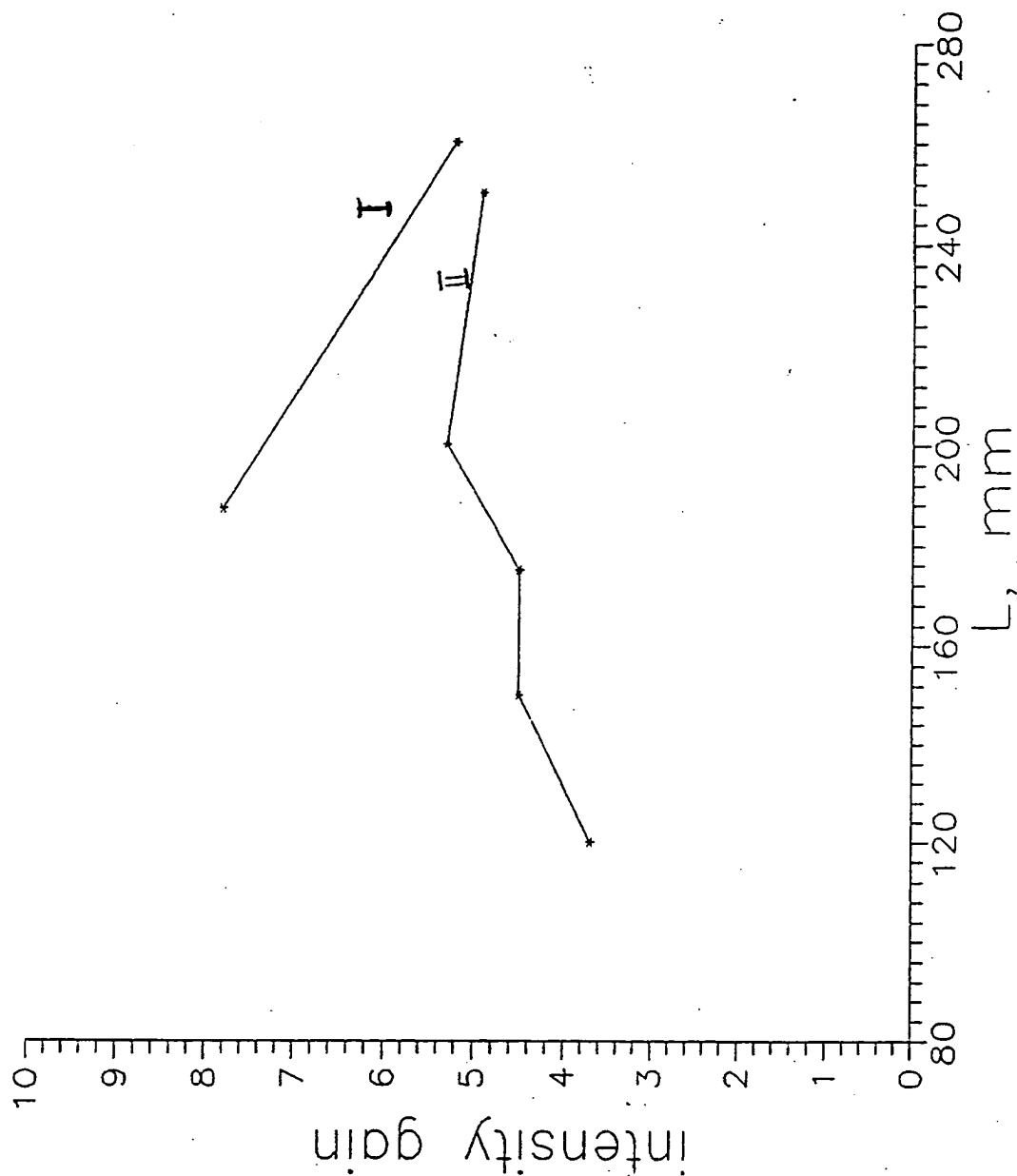


Fig. 2.

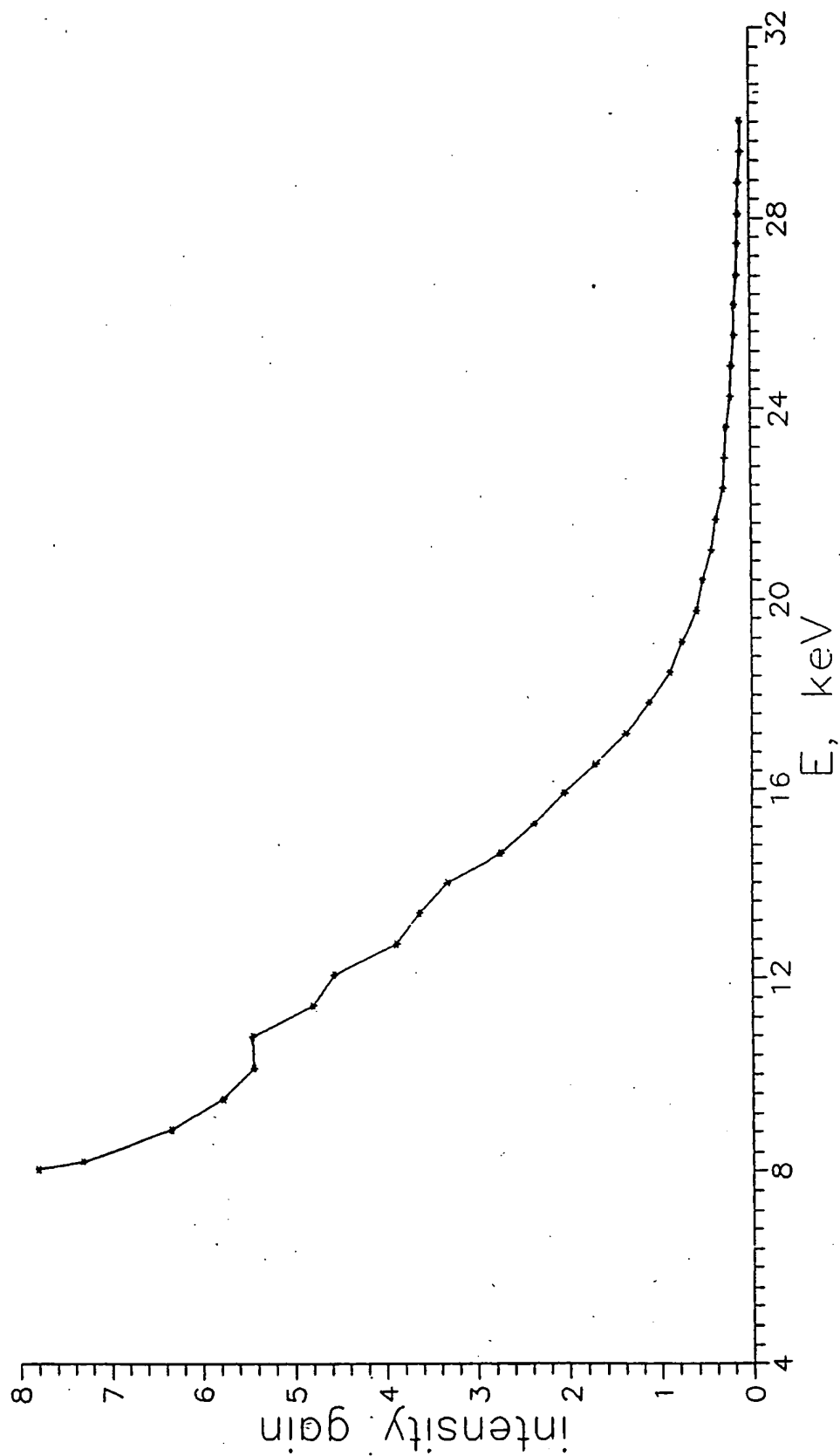


Fig.5.

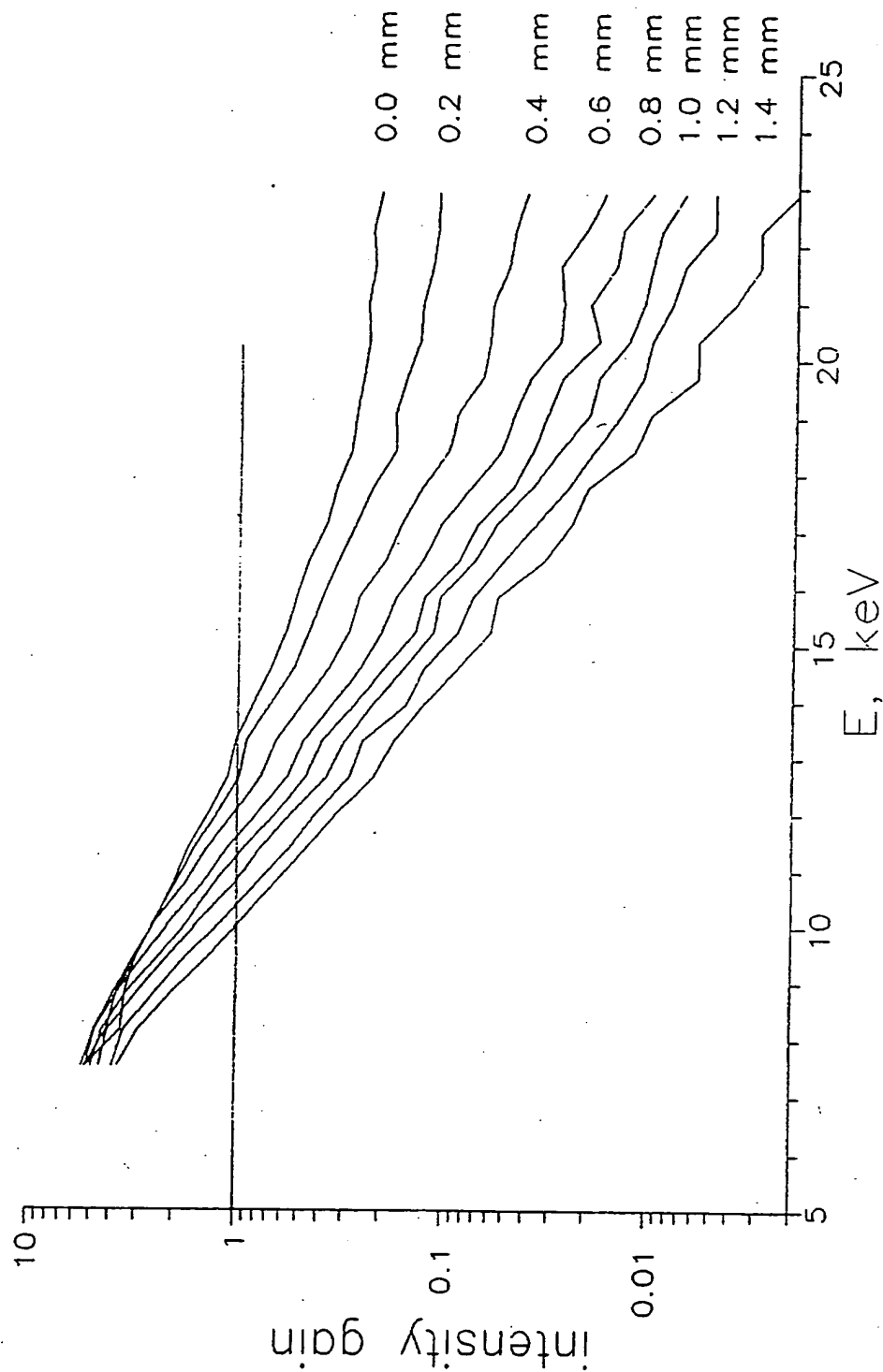


Fig. 6.

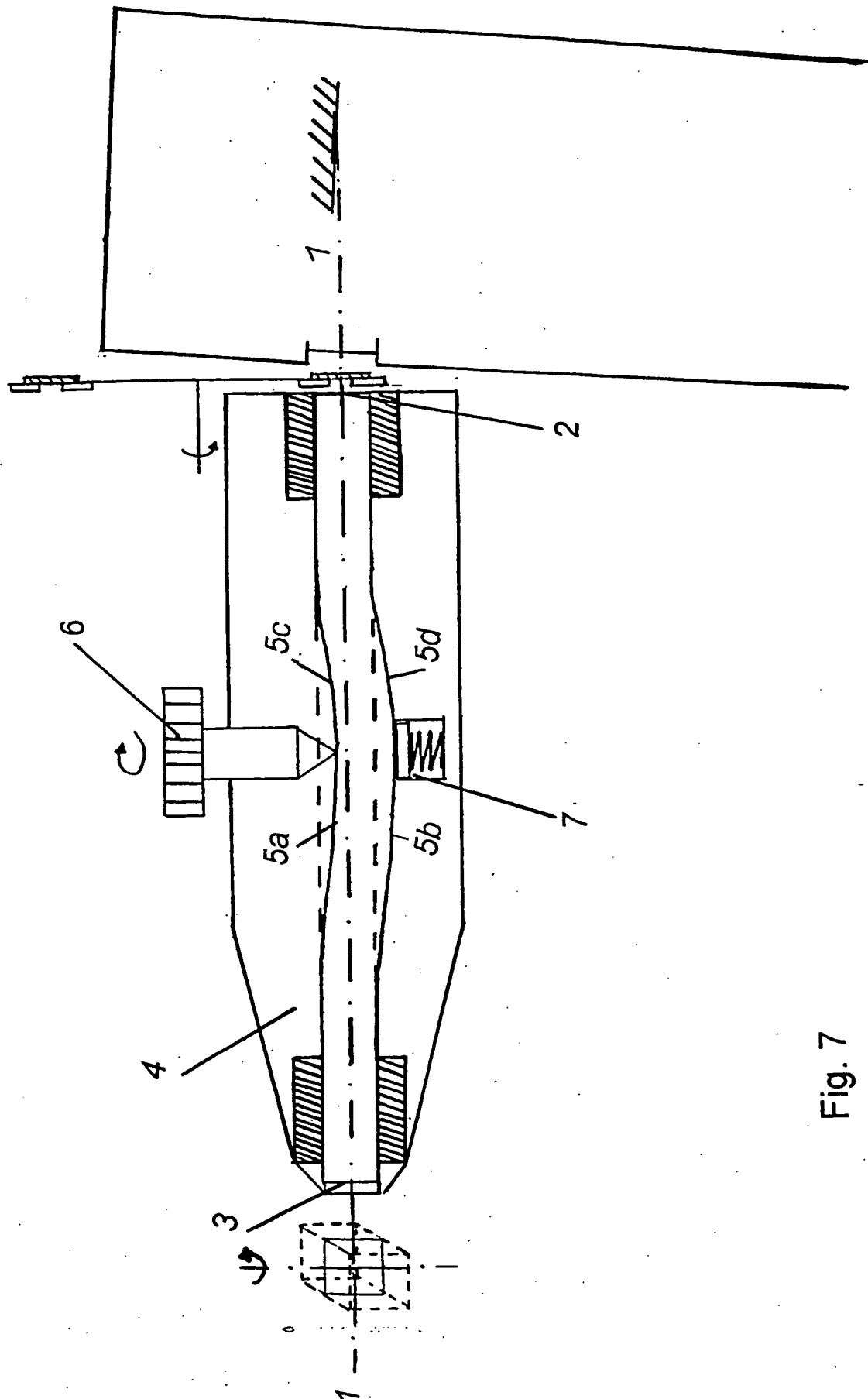
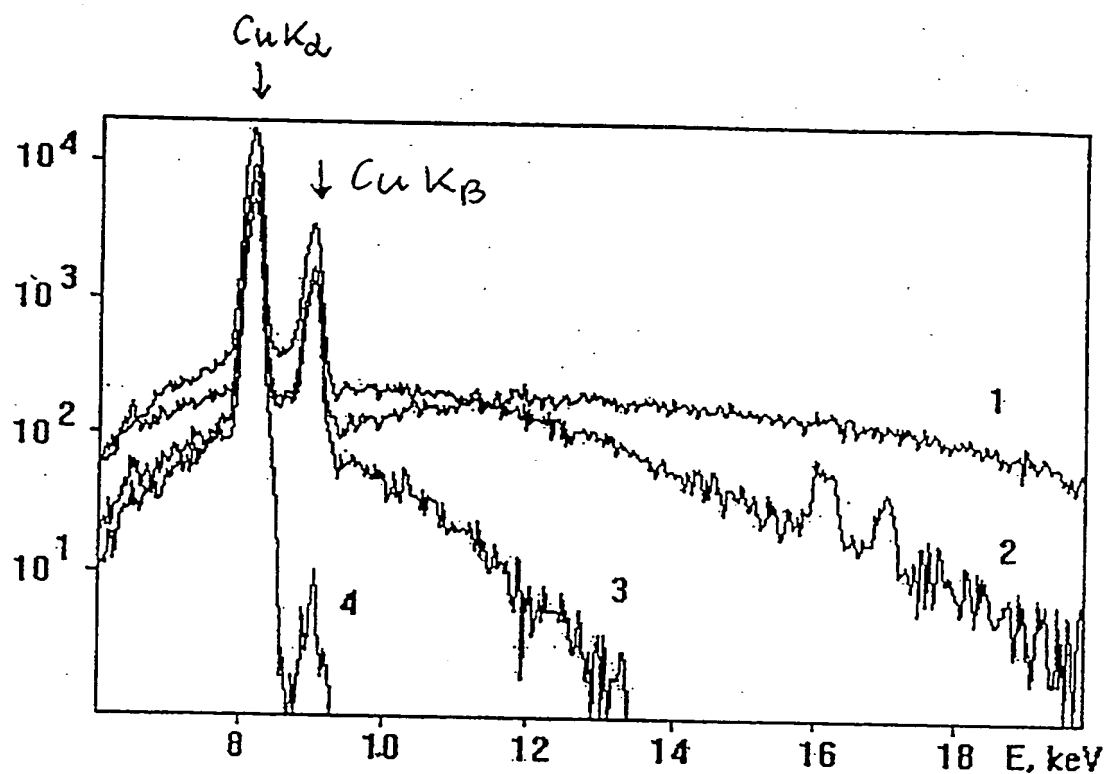


Fig. 7



1-3 Röntgenfilter verschiedener Grenzenergien

4 Kombination des Röntgenfilters 3 mit einem Ni-Filter

Fig. 8